

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-200269

(43)Date of publication of application : 27.07.1999

(51)Int.Cl.

D21C 5/02

(21)Application number : 09-366964

(71)Applicant : NIPPON PAPER INDUSTRIES CO
LTD

(22)Date of filing : 26.12.1997

(72)Inventor : MATSUSHITA YASUYUKI
SUGINO MITSUHIRO
Tabei Koichi

(54) DEINKING METHOD OF PRINTED WASTE PAPER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a deinked pulp containing less foreign materials and having a high bulkiness in a process discharging less amount of COD than that of the conventional method by maturing printed waste paper under an alkaline condition, neutralizing with an acid, and then disintegrating and/or removing an ink with a high shearing force.

SOLUTION: This method for deinking printed waste paper is provided by maturing the printed waste paper under an alkaline condition at pH 8.5-12 by an alkaline chemical such as caustic sodium at $\geq 10^{\circ}$ C temperature for ≥ 10 min and in 10-40% solid portion concentration, neutralizing to a range of pH 6-8.5 by adding an acid or applying a high shearing force at the same time with the neutralization by adding the acid for disintegrating and/or performing an ink removal treatment by using a higher alcoholic deinking agent consisting of a long chain alkyl group alcohol with a polyethylene oxide and/or a polypropylene oxide, and then performing a bleaching treatment, etc., as necessary to obtain a deinked pulp.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.12.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-200269

(43)公開日 平成11年(1999) 7月27日

(51)Int.Cl.⁵

D 2 1 C 5/02

識別記号

F I

D 2 1 C 5/02

審査請求 未請求 請求項の数16 F D (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平9-366964

(22)出願日 平成9年(1997)12月26日

(71)出願人 000183484

日本製紙株式会社

東京都北区王子1丁目4番1号

(72)発明者 松下 泰幸

東京都北区王子5-21-1 日本製紙株式
会社中央研究所内

(72)発明者 杉野 光広

東京都北区王子5-21-1 日本製紙株式
会社中央研究所内

(72)発明者 田部井 宏一

東京都北区王子5-21-1 日本製紙株式
会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 箕浦 清

(54)【発明の名称】 印刷古紙の脱墨方法

(57)【要約】

【課題】 異物の微細化を防ぎ、COD排出量がより少ない工程で含有異物が少なくかつ嵩高である脱墨パルプを提供する。

【解決手段】 アルカリで印刷古紙を熟成した後に、酸で中和し高剪断力をかけ、離解および／またはインキ剥離を行うことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項１】 印刷古紙をアルカリ条件下で熟成し、然る後このアルカリ熟成古紙に酸添中和後あるいは酸添中和と同時に高剪断力をかけて離解および／またはインキ剥離を行うことを特徴とする印刷古紙の脱墨方法。

【請求項２】 印刷古紙をアルカリ条件下で熟成した後、このアルカリ熟成古紙に対し酸添中和する工程と低剪断力をかけて離解する工程とのいずれか一方の工程を先に他方の工程を後にあるいは両工程を同時に行い、然る後インキ剥離工程を行うことを特徴とする印刷古紙の脱墨方法。

【請求項３】 印刷古紙に薬品を添加した後、離解工程、インキ剥離工程、異物除去工程、フローテーション工程および／または洗浄工程、および所望により漂白工程を含む工程で処理することにより脱墨パルプを製造する方法において、前記薬品がアルカリであって、かつ添加後一定時間熟成させた後、酸による中和処理を行った後中性にて離解および／またはインキ剥離工程を行うことを特徴とする脱墨パルプの製造方法。

【請求項４】 アルカリ熟成工程がpH 8.5～12で、10分以上、温度10℃以上、固形分濃度40%以下で行われた後、pH 6～8.5に中和処理が行われることを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項５】 アルカリ熟成工程において印刷古紙をアルカリ薬品に浸漬させて熟成を行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項６】 アルカリ熟成工程において印刷古紙をアルカリ薬品に浸漬させアルカリ薬品を古紙表面に付着させてから、固形分濃度10～40%で熟成を行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項７】 アルカリ熟成工程において印刷古紙をアルカリ薬品とともに攪拌機で印刷古紙が完全に離解されない程度に攪拌し、アルカリ薬品を印刷古紙表面に付着させることを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項８】 アルカリ熟成工程における薬品が苛性ソーダ、水酸化カリウム、珪酸ソーダ、亜硫酸ソーダ、炭酸ソーダのうち少なくとも一種以上を含み、所望により漂白剤、脱墨剤、硫酸マグネシウム、トリポリリン酸ソーダ、キレート剤を含むことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項９】 漂白剤が過酸化水素、過酸化水素付加物、過硫酸塩、有機過酸化物、オゾン、次亜塩素酸塩、塩素、二酸化塩素、亜塩素酸ナトリウム、二酸化チオ尿素、ハイドロサルファイト、ボロンハイドライドのうち少なくとも一種以上を含み、および／または反応によって該脱墨工程中に少なくとも一種以上発生させる前駆物質を含むことを特徴とする請求項８記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１０】 脱墨剤の主成分が長鎖アルキル基とポリエチレンオキサイドおよび／またはポリプロピレンオキサイドからなる界面活性剤であることを特徴とする請求項８記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１１】 アルカリ熟成後、酸による中和処理を行った後、固形分濃度2～35%で離解を行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１２】 アルカリ熟成後、低濃度パルパーを用い、固形分濃度2～8%で古紙が完全に離解されない程度まで離解を行い、その後、酸による中和処理を行った後、インキ剥離工程を行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１３】 アルカリ熟成後、ドラムパルパーで古紙が完全に離解しない程度まで離解を行い、その後、酸による中和処理を行った後、インキ剥離工程を行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１４】 アルカリ熟成工程の後、印刷古紙を脱水工程で10～40%に絞り、アルカリ薬品を回収しアルカリ熟成工程に再利用することを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１５】 脱水工程がスクリーブレス型、エキストラクター型、シクナー型、ディスクフィルター型、シリンダープレス型、プレス型のうち少なくとも一種以上を使用することを特徴とする請求項１４記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項１６】 異物除去工程を離解工程の後および／またはインキ剥離工程の後に行うことを特徴とする請求項３記載の脱墨パルプの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】 本発明は印刷された古紙から脱墨パルプを製造する方法に関する。更に詳しくは、COD排出量が従来より少ない工程で、異物が少なく、嵩高であるパルプを製造する方法に関するものである。

【０００２】

【従来の技術】 近年、省資源あるいは地球規模での環境保護といった観点から、古紙の再生利用が注目される中で、古紙をより高度に処理し、再生利用の範囲を拡大することが当業界における極めて重要な課題となっている。この一つの方向として印刷古紙の印刷インキを脱墨工程にて除去し、残留インキの少ないパルプを製造して、バージンパルプと混合し新たな紙を製造することがなされている。

【０００３】 しかしながら、一般に行われている脱墨工程における離解工程やインキ剥離工程ではアルカリ条件下で高剪断力をかけるため、古紙の中に混入している粘着剤、接着剤、粘着テープ、雑誌の背糊、ビニールテープ等の異物が微細化し、その後にスクリーンやクリーナーなどといった精選工程を通して完全に除去することは非常に困難となり、脱墨パルプを用いて新たな紙を製

造する上で紙切れなどのマシントラブルを引き起こしたり、紙に抄き混まれるなど品質の低下を引き起こしている。さらに、上記のようにアルカリ条件下で高剪断力をかけるため、COD負荷が大きく、また繊維を痛めるので濾水度が低下しマシン走行性が悪化し、さらに嵩の低い光学適性に劣るパルプとなっている。

【0004】上記のような欠点があるため、脱墨パルプの紙への高配合が進んでいないのが現状である。

【0005】過去に、上記の欠点を克服しようとした研究がある。紙バ技協紙 第49巻121～130ページに、低温、中性で印刷古紙を離解することによって異物の微細化を防ぎ、スクリーンなどで異物を大きい状態に取り除いてから、アルカリ条件下でインキを剥離するアイデアが紹介されている。しかし、異物に関しては改善が期待されるが、アルカリ条件下で高剪断力をパルプに与えることになり、COD負荷の低減、繊維へのダメージの低減に関しては期待できない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】この発明は上記のごとき従来の方法の欠点を解消すべく、異物の微細化を防ぎ、COD負荷が少なく、繊維へのダメージが少ない脱墨パルプを製造する方法を提供するためになされたものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は印刷古紙の脱墨方法について、鋭意研究を重ねた結果、アルカリで印刷古紙を熟成した後に、酸で中和してから高剪断力をかけ、離解および／またインキ剥離を行えば、異物の微細化、COD負荷および繊維へのダメージが低減されることを見だし、この知見にもとづいて本発明を完成するに至った。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明で用いることができる古紙は印刷されている古紙ならなんでもよい。つまり、オフセット、活版、グラビア、フレキソ印刷、スクリーン印刷等による新聞古紙、雑誌古紙、チラシ古紙および一般商業印刷古紙等の印刷古紙およびコンピューターアウトブット古紙および電子複写、静電複写、感熱複写等の各種複写方式によりコピーまたは印刷されたOA古紙等を含む印刷古紙に適用できる。

【0009】アルカリ熟成工程で用いるアルカリ薬品は、苛性ソーダ、水酸化カリウム、珪酸ソーダ、炭酸ソーダのうち少なくとも一種以上含めばよい。また、過酸化水素、過酸化水素付加物、過硫酸塩、有機過酸化物、オゾン、次亜塩素酸塩、塩素、二酸化塩素、亜塩素酸ナトリウム、二酸化チオ尿素、ハイドロサルファイト、ボロンハイドライド等の漂白剤のうち少なくとも一種以上含み、および／または反応によって該脱墨工程中に少なくとも一種以上発生させる前駆物質を含めると白色度の増加が望める。さらに、硫酸マグネシウ

ム、トリポリリン酸ソーダ、キレート剤のうち一つ以上添加するとより効果的である。また脱墨剤を含ませればインキ剥離をより促進することができる。この脱墨剤は主成分が長鎖アルキル基とポリエチレンオキシドおよび／またはポリプロピレンオキシドからなる界面活性剤、つまり高級アルコール系脱墨剤であることが望ましい。また、アルカリ薬品は熟成工程のpHが8.5～12となるように添加すればよい。

【0010】アルカリ熟成工程は印刷古紙をアルカリ薬品の中に浸漬して熟成を行ってもよいし、印刷古紙をアルカリ薬品の中に浸漬させ古紙の表面にアルカリ薬品を付着させた後、固形分濃度を10～40%にして熟成を行っても良い。さらには、より効率を高めるために攪拌機を用いても良い。ただし攪拌機の種類はドラム式のものでも、モーターで羽根を回転する方式、あるいは他の方式のものでもよいが、あまり強く攪拌すると異物の微細化が進んでしまうため、古紙が完全には離解されない程度の攪拌に抑えることが必要である。アルカリ熟成工程の固形分濃度は40%以下、温度は10℃以上、熟成時間は10分以上であれば十分である。

【0011】またコストを考えると、アルカリ熟成工程の後、印刷古紙を脱水機でアルカリ薬品を絞り、そのアルカリ薬品を回収しアルカリ熟成工程に再利用すれば、アルカリ薬品の使用量を抑えることができ経済的である。このときの脱水機は固形分濃度が10～40%に絞れば、スクリーブレス型、エキストラクター型、シクナー型、ディスクフィルター型、シリンダープレス型、プレス型等、どれでもかまわないし、どのように組み合わせてもよい。

【0012】中和に用いる酸は硫酸、塩酸、硫酸アルミニウム等の無機酸や炭酸ガス、酢酸などの有機酸を用いることができる。中和後のpHが高いと離解工程やインキ剥離工程で異物が微細化され易くなり、また、pHが低すぎると中和に使用する酸の使用量が増えてしまいコストがかかってしまうので、pHは6～8.5がよい。酸は次に引き続く離解工程のところで、アルカリ熟成された古紙とともに添加し離解してもよいし、予めアルカリ熟成された古紙に添加して中和してから離解工程で離解してもよい。

【0013】離解工程に用いるパルパーが固形分濃度8～35%で行う高濃度パルパーであった場合、インキ剥離はこの離解工程で同時に行われるが、しかしながら、離解工程で用いるパルパーが固形分濃度2～8%で行う低濃度パルパーやドラムパルパーであった場合、繊維にかかる剪断力が弱いのでインキが繊維から十分に剥離されない。この場合、異物も微細化されず、剪断力が弱いので繊維のダメージも少ないので、中和は離解工程の後、つまり次のニーダーやディスパーザを用いるインキ剥離工程の前で行うこともできる。ただし、このときの離解では異物の微細化を防ぐために、古紙が完全に離

解されないように離解しておくことが必要である。酸の添加場所はインキ剥離工程において、離解工程で離解されたパルプとともに添加してもよいし、予め離解されたパルプに添加して中和してもよい。

【0014】離解工程、若しくは、インキ剥離工程を終えた後は、所望に応じて脱墨剤、漂白剤、キレート剤、凝集剤などのフローテーション助剤などを加えることができ、一般に用いられている異物除去工程、フローテーション工程、洗浄工程等工程を用いることができる。このときには繊維と異物に高剪断力がかからないため、pHは中性のままでよいしアルカリにしてもかまわない。ただし、望ましくは中性のままで行った方が繊維がアルカリ条件下にある時間が短いので、COD負荷の低減や繊維のダメージの低減の効果は高くなる。異物除去工程は離解工程の後および／またインキ剥離工程の後で行ってもよい。

【0015】

【発明の効果】本発明による方法では、アルカリ熟成により繊維が膨潤し、インキと繊維との界面にずれが生じ、またアルカリによるインキ成分のけん化により、インキが繊維から剥がれやすくなる。従ってその後中和処理を行っても、離解工程やインキ剥離工程で容易にインキを繊維から剥離することができる。従って、アルカリ条件下で高剪断力がかからないため異物の微細化が起こらず、また、繊維のダメージも少ない。その結果以下の効果が生まれる。

【0016】①精選工程での異物除去効率の向上

②異物によるトラブル減少

③繊維のダメージの低減

④濾水度の向上

⑤マシン走行性の向上

⑥光学特性向上

⑦COD負荷の低減

⑧有機物の溶出低減および微細粘着物低減による工程内および抄紙用具の汚れ改善

【0017】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明をより具体的に示すが、本発明は勿論かかる実施例に限定されるものではない。

【0018】（実施例1）容量20Lの回転数が任意に変更できる攪拌翼を備えたパルパーを用いて以下の実験を行った。パルパーに新聞古紙500gを入れ、パルプ濃度が15～30%となるように清水とアルカリ薬品を加えた。アルカリ薬品は苛性ソーダ0.5～2%、珪酸ソーダ1.5～6%、過酸化水素0.5～2%、脱墨剤（銘柄 花王株式会社製 D1ー767）0.2%をそれぞれ対古紙の割合で加えた。温度を40から55℃とし、古紙と薬品とが混合できる程度に緩やかに攪拌しながら、30分～4時間の熟成を行った。その後、pH7になる量の硫酸を加え、10分間、3000rpmで離解を行った。離解後、固形分濃度が1%になるように清水で希釈した後、小型フローテーターにより5～15分フローテーション処理を行ってインキを分離した。このようにして得られた脱墨パルプについて残インキ、白色度、濾水度、密度、強度、比散乱係数、CODについて測定し、得られたデータからパルプ収率90%での残インキ、白色度、濾水度、密度、強度、比散乱係数、CODを算出した。

【0019】脱墨条件、およびパルプ収率90%での白色度および残インキの測定結果を表1に、パルプ収率90%での濾水度、密度、強度、比散乱係数およびCODの測定結果を表2に示した。

【0020】

【表1】

テスト ナンバー	脱 墨 条 件						測定結果	
	熟成 時間 h r	熟成 温度 ℃	熟成 濃度 %	苛 性 ソーダ %	珪 酸 ソーダ %	過酸化 水 素 %	白色度 %	残 インキ 面積%
1	0.5	40	15	1	3	1	54.0	0.496
2	1	40	15	1	3	1	54.1	0.481
3	2	40	15	1	3	1	54.0	0.432
4	4	40	15	1	3	1	55.4	0.422
5	2	40	15	2	6	2	53.8	0.252
6	2	55	15	1	3	1	54.0	0.442
7	2	40	30	0.5	1.5	0.5	53.6	0.471

* 5 μ m以上を測定

【0021】

【表2】

テスト ナンバー	濾水度 ml	密 度 g/cm ³	強 度			比散 乱係数 cm ² /g	COD p p m
			裂断長 km	比 引裂度	比 破裂度		
1	178	0.570	3.6	74.8	2.1	525	180
2	175	0.579	3.4	74.4	2.1	530	180
3	160	0.577	3.4	74.8	2.1	490	180
4	171	0.561	3.4	74.8	2.1	485	190
5	175	0.578	3.4	73.5	3.1	490	186
6	180	0.572	3.4	73.8	3.1	470	180
7	180	0.561	3.4	78.0	2.1	500	170

【0022】（実施例2）実施例1と同じパルパーを用いて以下の実験を行った。パルパーに新聞古紙500gと禁忌品である封筒10gを入れ、パルプ濃度が15%となるように清水とアルカリ薬品を加えた。アルカリ薬品は苛性ソーダ0.5～2%、珪酸ソーダ1.5から6%、過酸化水素0.5～2%、脱墨剤（銘柄 花王株式会社製D1-767）0.2%をそれぞれ対古紙の割合

で加えた。温度を40～55℃とし、古紙と薬品とが混合できる程度に緩やかに攪拌しながら、30分～4時間の熟成を行った。その後、pH7になる量の硫酸を加え、10分間、3000rpmで離解を行った。離解後、6カットフラットスクリーンを用いて封筒の背糊由来の異物を採取した。異物の20gのLBKPのスラリーに混ぜ、2gの手抄きシート10枚作成した。手抄き

シートに抄き混まれている異物の大きさを目視で5段階に評価した（値が大きいくほど異物の大きさが大きい）。表3に脱墨条件と目視の評価結果を示した。

【0023】

【表3】

テスト ナンバー	脱 墨 条 件						目視 評価結果
	熟成 時間 h r	熟成 温度 ℃	熟成 濃度 %	苛 性 ソーダ %	珪 酸 ソーダ %	過酸化 水 素 %	
1	0.5	40	15	1	3	1	4
2	1	40	15	1	3	1	4
3	2	40	15	1	3	1	4
4	4	40	15	1	3	1	3.5
5	2	40	15	2	6	2	3.5
6	2	55	15	1	3	1	3.5
7	2	40	30	0.5	1.5	0.5	4

【0024】（比較例1）実施例1と同じパルパーを用いて以下の実験を行った。パルパーに新聞古紙500gを入れ、パルプ濃度が15%となるように清水とアルカリ薬品を加えた。アルカリ薬品は苛性ソーダ1%、珪酸ソーダ3%、過酸化水素1%、脱墨剤（銘柄 花王株式会社製 D1-767）0.2%をそれぞれ対古紙の割合で加えた。温度を40℃とした後、直ちに10分間、3000rpmで離解を行った。離解後、固形分濃度が1%になるように清水で希釈した後、小型フローテーターにより5～15分フローテーション処理を行ってインキを分離した。このときのpHは10であった。このようにして得られた脱墨パルプについて残インキ、白色度、濾水度、強度、CODについて測定し、得られたデータからパルプ収率90%での残インキ、白色度、濾水度、密度、強度、比散乱係数、CODを算出した。パルプ収率90%での白色度および残インキの測定結果を

表4に、パルプ収率90%での濾水度、密度、強度、比散乱係数およびCODの測定結果を表5に示した。

【0025】

【表4】

測定結果	
白色度 %	残インキ %
50.9	0.462

【0026】

【表5】

濾水度 ml	密度 g/cm ³	強 度			比散乱係数 cm ² /g	COD ppm
		裂断長 km	比引裂度	比破裂度		
118	0.60	3.7	72.7	2.3	425	270

【0027】（比較例2）実施例1と同じパルパーを用いて以下の実験を行った。パルパーに新聞古紙500g

と禁忌品である封筒10gを入れ、パルプ濃度が15%となるように清水とアルカリ薬品を加えた。アルカリ薬

品は苛性ソーダ１％、珪酸ソーダ３％、過酸化水素１％、脱墨剤（銘柄 花王株式会社製 ＤＩ－７６７）０．２％をそれぞれ対古紙の割合で加えた。温度を４０℃とした後、直ちに１０分間、３０００ｒｐｍで離解を行った。離解後、６カットフラットスクリーンを用いて封筒の糊由来の異物を採取した。異物の２０ｇのＬＢＫ

Ｐのスラリーに混ぜ、２ｇの手抄きシート１０枚作成した。手抄きシートに抄き混まれている異物の大きさを目視で５段階に評価した（値が大きいほど異物の大きさが大きい）。その結果、１．５であり、実施例２と比較して非常に小さく、異物が微細化していた。